

BAB III

TATA KERJA

3.1 Alat Penelitian

Alat yang digunakan dalam penelitian ini adalah instrument *x-ray diffractometer*/XRD (Rigaku SmartLab), *Melting point* (stuart SMP 10), lemari pendingin (LG), oven (memmert UN 110), neraca analitik (OHAUS PAJ1003), pipa kapiler, mortar, stemper, dan vial.

3.2 Bahan Penelitian

Bahan yang digunakan dalam penelitian ini yaitu lemak biji tengkawang (*Shorea mecistopteryx* Ridley).

3.3 Metode Penelitian

3.3.1. Pengumpulan Lemak Biji Tengkawang

Sampel diperoleh dari Balai Besar Penelitian Ekosistem Dipterokarpa, Badan Penelitian, Pengembangan dan Inovasi, Kementerian Lingkungan Hidup dan Kehutanan Kota Samarinda di Jl. A. Wahab Syahrani No. 68, Sempaja, Samarinda, Kalimantan Timur.

3.3.2 Kristalinitas Lemak Biji Tengkawang

Pemeriksaan kristalinitas lemak biji tengkawang dilakukan dengan sebagai berikut:

A. Preparasi Lemak Biji Tengkawang

Lemak biji tengkawang akan diperiksa sifat kristalinitasnya dengan dilakukan suatu perlakuan sesuai perlakuan terhadap basis sediaan semisolid yaitu

1. Pemanasan

Sampel sebanyak 20 gram dipanaskan pada suhu 37°C hingga meleleh

2. Penyimpanan Sampel

Sampel yang sudah meleleh dibagi menjadi tiga untuk penyimpanan pada temperatur yang berbeda yaitu:

- a. Didiamkan dan disimpan pada temperatur 14°C
- b. Didiamkan dan disimpan pada temperatur 24°C
- c. Disimpan terlebih dahulu pada temperature 24°C hingga memadat lalu dimasukkan pada lemari pendingin pada temperatur 14°C.

B. Pengujian Titik Leleh menggunakan *Automatic Melting Point*

Tiga sampel yang sudah memadat diperiksa titik lelehnya pada alat *melting point*. Sampel digerus sampai halus kemudian dimasukkan kedalam pipa kapiler dan diketuk-ketuk dengan ketinggian 10 mm sampai memadat. Pipa kapiler dimasukkan kedalam alat melting point suhu pada sampel meleleh dicatat (Hasibuan dan Siahaan, 2013).

C. Pengujian menggunakan XRD

Sampel lemak biji tengkawang yang akan dianalisis digerus sebanyak 2 gram, sampel diletakkan pada lempeng sampel kemudian dimasukkan ke dalam instrumen XRD. Analisis ini dilakukan pada rentang sudut difraksi 2θ 0-45° dengan kecepatan pergeseran 0,800°/detik menggunakan radiasi $\text{CuK}\alpha_1 = 1,54060 \text{ nm}$; $\text{K}\alpha_2 = 1,54439 \text{ nm}$) pada tegangan 40 kV dan arus 30 mA (Butarbutar, 2018).

D. Pengujian menggunakan FTIR

Pengukuran sampel dilakukan dengan menggunakan spektrofotometer FTIR-ART (*attenuated total reflectance*) sampel diletakkan pada holder yang digunakan adalah ZnSe ATR dengan ditunjukkan untuk mengetahui apakah terdapat gugus fungsi baru yang terbentuk saat lemak biji tengkawang dipreparasi di ukur pada panjang gelombang 500-4000 cm^{-1} (Hindrayawati, 2010).

3.3.3 Analisis Hasil Pengujian

A. Analisa Hasil Pengujian Titik Leleh

Titik leleh yang didapat pada saat pengujian dilihat nilai stabilitas senyawa. Perubahan pada titik leleh terkait dengan susunan molekul yang tertata rapi pada fasa padat dan akan berubah menjadi susunan molekul yang lebih longgar pada fasa cair. Saat senyawa diletakkan pada temperatur yang berbeda untuk melihat kestabilan suhu pada lemak biji tengkawang dilihat nilai titik leleh pada saat

terjadinya perubahan dari padatan menjadi cairan. Nilai titik leleh dinyatakan dalam satuan Kelvin (K).

B. Analisa Hasil Pengujian XRD

Grafik yang didapat dari hubungan antara sudut 2θ dan intensitas sinar x berupa puncak pada grafik hubungan antar sudut *goniometer* dan intensitas sinar x setelah melewati sampel. Parameter-parameter yang akan didapat dari analisa ini yaitu struktur kristal dari lemak biji tengkawang ukuran (*size*) butir sampel dan unsur dari parameter kisi. Penerjemah dari grafik yang didapatkan menggunakan *software rietica*, yaitu sebuah program yang dapat menerjemahkan grafik hubungan antara intensitas sinar x dan sudut *goniometer* untuk mengetahui struktur kristal dan peak-peak pada grafik hubungan antara intensitas sinar x dan θ dari lemak biji tengkawang dimana karakteristik kristalografi suatu material melalui puncak intensitas yang akan muncul.